

PENGARUH pH DAN WAKTU AGING DALAM SINTESIS SILIKA XEROGEL BERBASIS SEKAM PADI

Ira Mardiana, Sri Wardhani*, Danar Purwonugroho

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
Jl. Veteran Malang 65145*

*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835
Email: wardhani@ub.ac.id

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang sintesis silika xerogel dari sekam padi dengan metode sol gel menggunakan prekursor natrium silikat. Tujuan penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh pH dan waktu aging serta mengetahui karakter silika xerogel. Natrium silikat disintesis dari SiO_2 dengan NaOH pada temperatur 95°C selama 1 jam. Natrium silikat diasamkan dengan HCl sampai pH 1. Selanjutnya pH dinaikkan menggunakan NaOH 1 M sampai pH 6, 7 dan 8 untuk menghasilkan sol. Sol didiamkan dengan waktu aging 12, 18 dan 24 jam. Silika gel yang dihasilkan dikeringkan pada temperatur 80°C selama 18 jam untuk menghasilkan xerogel. Karakterisasi silika xerogel yang dilakukan adalah menentukan luas permukaan dan kemurniannya. Luas permukaan silika xerogel ditentukan dengan metilen biru dan kemurniannya secara gravimetri. Identifikasi gugus fungsi dan struktur kristal menggunakan FTIR dan XRD. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sintesis silika xerogel terjadi pada pH optimum 6 dengan waktu aging optimum 12 jam. Hasil karakterisasi silika xerogel pada keadaan optimum menunjukkan luas permukaan sebesar $4,24 \text{ m}^2/\text{g}$ dengan kemurnian 98,06%. Spektra IR silika xerogel hasil sintesis mengandung gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) serta data XRD memperlihatkan silika xerogel berstruktur amorf.

Kata kunci: silika, sol-gel, xerogel

ABSTRACT

Synthesis of xerogel silica from rice hull by sol gel method using precursor sodium silicate has been conducted. The influence of pH and time aging was investigated as well as the character xerogel silica. The precursor sodium silicate can be synthesized from silica with NaOH at 95°C for 1 h. The sodium silicate were acidified with HCl until pH 1. Further pH were raised by NaOH 1 M until pH 6, 7 and 8 to produce sol. The sol were rested with time aging 12, 18 and 24 h. The silica gel produced were heated at 80°C for 18 h to obtained xerogels. Characterization of xerogel silica which determination of surface area and purity. Surface area were determined with methylene blue and purify with gravimetric. Identification of functional group and crystal structure were identified by FTIR and XRD. Result showed that synthesis xerogel silica occurred optimum pH 6 and optimum time aging 12 h. The optimum condition surface area was $4.24 \text{ m}^2/\text{g}$ with purity 98.06%. Based on the IR spectra xerogel silica contained silanol (Si-OH) and siloxane (Si-O-Si) and XRD data showed that xerogel silica were amorphous.

Key words: silica, sol-gel, xerogel

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara agraris dengan tanaman padi sebagai hasil utama pertanian. Berdasarkan Badan Pusat Statistik pada tahun 2012 produksi padi di Indonesia meningkat

sebesar 3,2 juta ton dibandingkan tahun 2011. Seiring dengan peningkatan produksi padi tersebut maka jumlah hasil samping pertanian juga bertambah. Salah satu limbah pertanian yang banyak dijumpai adalah sekam padi. Sekam padi merupakan bagian terluar dari butir padi yang dihasilkan sebagai hasil samping pada proses penggilingan padi.

Berdasarkan penelitian Nuryono [1] kandungan terbesar abu sekam padi adalah silika sebesar 87-97%. Menurut penelitian Kalapathy [2] proses ekstraksi silika dari bahan baku abu sekam padi dapat menggunakan metode pencucian asam menggunakan HCl silika yang diperoleh memiliki kemurnian sebesar 91%. Tingginya kadar silika dalam abu sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan material berbasis silika.

Salah satu aplikasi silika adalah sebagai bahan baku pembuatan silika xerogel. Silika xerogel adalah silika gel yang dibuat dengan menguapkan fasa larutan dalam pori-porinya secara evaporasi[3]. Silika xerogel dapat disintesis menggunakan metode sol gel dengan menggunakan prekursor Na_2SiO_3 . Menurut penelitian Prasad melaporkan bahwa rendemen silika semakin besar seiring dengan meningkatnya pH dan rendemen terbesar diperoleh di sekitar pH 7. Selain itu, menurut penelitian Affandi [4] yang mempelajari tentang sintesis silika xerogel dari abu *bagasse* tebu dengan variasi waktu pematangan gel (*aging*) 10, 18, 28, 38 dan 48 jam menemukan waktu *aging* optimum adalah 18 jam dan silika xerogel yang dihasilkan memiliki kapasitas adsorpsi sebesar 1,68 mL/g serta kemurnian mencapai 99% berat. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh pH dan waktu *aging* terhadap sintesis silika xerogel dan mengetahui hasil karakterisasi silika xerogel.

METODE PENELITIAN

Bahan dan alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: sekam padi jenis ciherang dari Desa Curampel Kecamatan Pakis, HCl 37% (v/v , $\rho = 1,1878 \text{ g/mL}$), NaOH *pellet* (Merck), dan metilen biru (Merck). Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: oven Heraeus KR 170E, pH indikator universal (Merck), neraca mettler PE 300, spektrofotometer FT-IR Shimadzu 8400S, spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 1601 *double beam*, sinar-X fluoresensi (XRF) Panalytical Minipal 4, dan XRD Panalytical Minipal.

Preparasi abu sekam padi

Sekam padi dibersihkan dari pengotornya secara fisik dan direndam selama 2 jam dengan air panas kemudian dibilas dengan air mengalir. Sekam padi dikeringkan pada 110°C

selama 1 jam dalam oven. Sekam kering diarangkan pada 300 °C selama 0,5 jam lalu diabukan pada 700 °C selama 6 jam. Abu sekam padi yang dihasilkan selanjutnya dihaluskan lalu diayak dan dikarakterisasi menggunakan XRD dan XRF.

Ekstraksi SiO₂ dari abu sekam padi dan pembuatan prekursor natrium silikat

Sebanyak 5 g abu sekam padi yang telah dipreparasi ditambahkan 30 mL HCl 1 M dan campuran tersebut diaduk selama 2 jam lalu disaring. Endapan yang diperoleh kemudian dicuci dengan akuades sampai bebas asam. Endapan dikeringkan lalu dikarakterisasi menggunakan XRF dan IR. Endapan ditimbang 5 g dan ditambahkan 60 mL NaOH 1 M kemudian dididihkan 1 jam 95 °C dengan pengadukan kemudian disaring, filtrat yang diperoleh merupakan Na₂SiO₃.

Sintesis silika xerogel

Na₂SiO₃ ditambahkan HCl 1 M tetes demi tetes dengan pengadukan konstan sampai pH 1 dan didiamkan selama 30 menit. Selanjutnya, larutan tersebut ditambahkan NaOH 1 M sampai pH 6, 7 dan 8 kemudian didiamkan 16, 18 dan 24 jam. Gel yang terbentuk dicuci dengan akuades sampai filtrat bebas Cl⁻. Gel dipindahkan ke dalam *syringe* volume 5 mL kemudian dikeringkan pada temperatur 80 °C selama 18 jam sehingga diperoleh silika xerogel. Silika xerogel kemudian didinginkan dan ditimbang. Silika xerogel pada kondisi optimal dikarakterisasi dengan XRD dan IR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

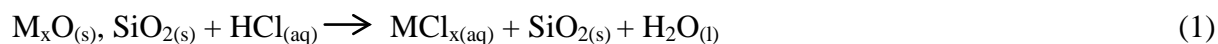
Ekstraksi SiO₂ dari Sekam Padi

Difraktogram abu sekam padi (ASP) tersaji pada Gambar 1. Berdasarkan Gambar 1 memperlihatkan bahwa silika dalam abu sekam padi memiliki struktur amorf dibuktikan dengan adanya puncak yang melebar pada 2θ sekitar 21° (2d = 4,07) sesuai dengan puncak ASP pada penelitian Hindrayawati yang terdapat pada 2θ sekitar 21,14° (2d = 4,19) [5].

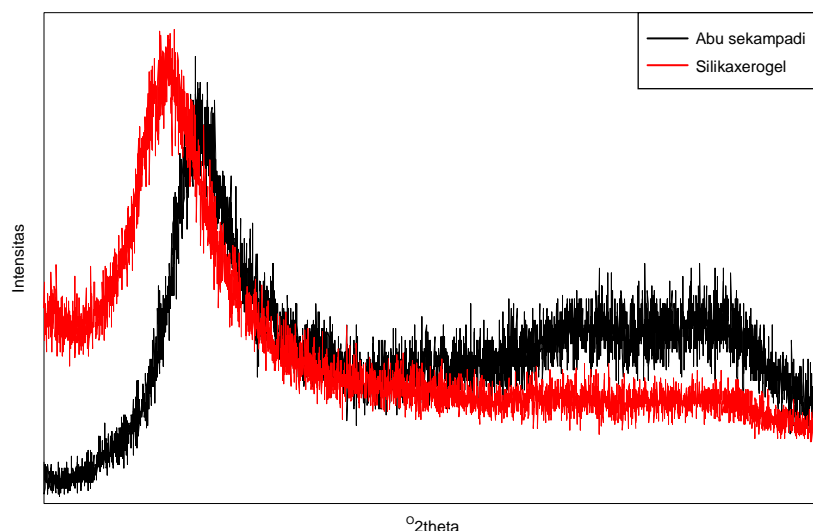
Tabel 1. Komposisi kimia ASP dan silika hasil ekstraksi (SHE)

Parameter	Kandungan Kimia (%)								
	SiO ₂	CaO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	TiO ₂	CrO	MnO	NiO	CuO
ASP	94,9	2,84	0,84	0,69	0,03	0,03	0,37	0,03	0,05
SHE	97,5	1,01	0,69	0,4	0,04	0,03	0,16	0,02	0,04

Selama proses ekstraksi silika menggunakan HCl terjadi reaksi sesuai persamaan 1.



Dari proses ekstraksi diperoleh rendemen (*recovery*) silika sebesar $95,75 \pm 1,15\%$. Kadar silika setelah dicuci dengan sebelum pencucian menggunakan HCl terjadi peningkatan seperti yang tersaji pada Tabel 1. Hal tersebut didukung dengan penentuan kemurnian silika secara gravimetri berturut-turut diperoleh 93,96% dan 98,08%.

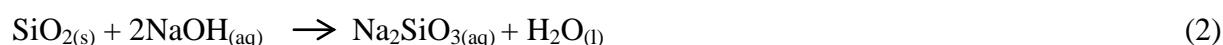


Gambar 1. Difraktogram ASP dan silika xerogel

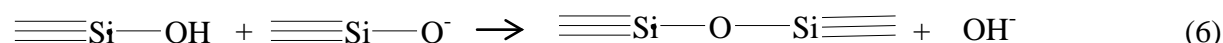
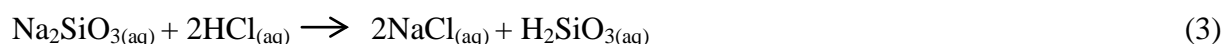
Spektra IR silika hasil ekstraksi (Gambar 4) menunjukkan adanya puncak intensitas tinggi pada bilangan gelombang 3440 dan 1643 cm^{-1} yang menunjukkan gugus silanol (Si-OH) serta pada daerah 1095 , 798 cm^{-1} dan 467 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya gugus siloksan. Interpretasi data IR sesuai dengan analisis fungsional yang dilakukan oleh Suka [5].

Sintesis silika xerogel

Pembuatan prekursor Na_2SiO_3 diperoleh melalui penambahan silika dengan NaOH, seperti pada persamaan 2.



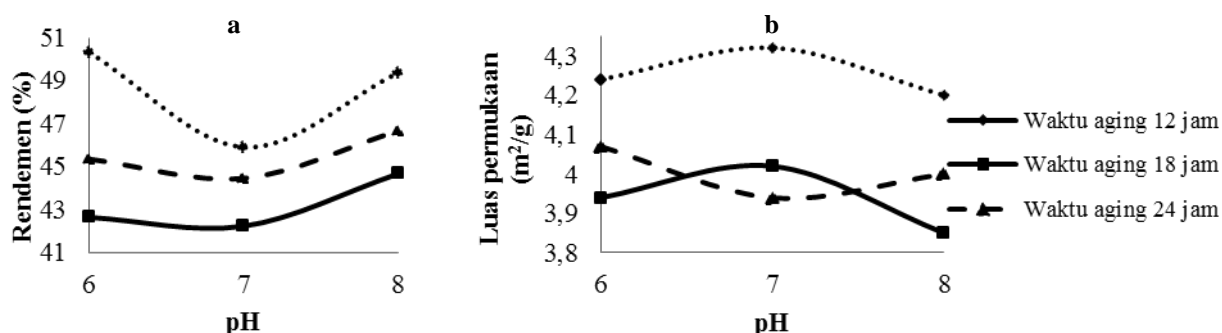
Penambahan HCl pada larutan Na_2SiO_3 hingga pH 1 terjadi reaksi (3) dan (4) dilanjutkan proses kondensasi (polimerisasi) seperti persamaan (5) dan (6) [3].



Pengaruh pH terhadap sintesis silika xerogel

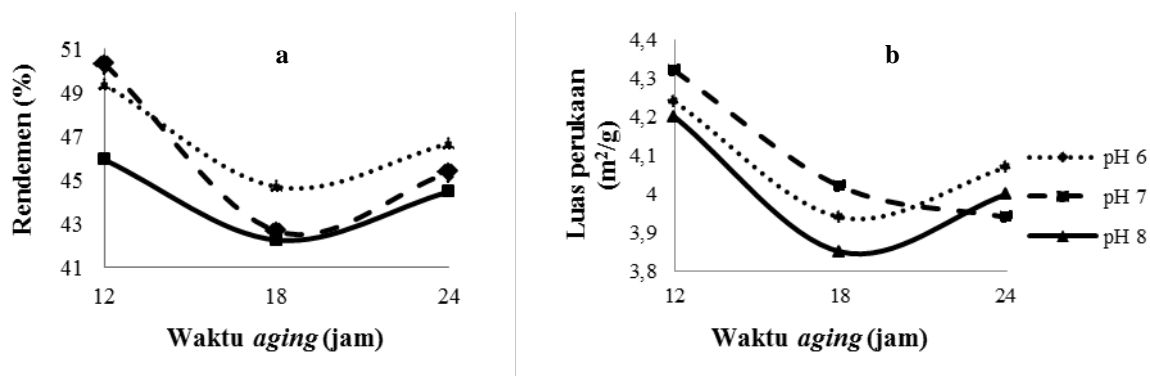
Dari tabel ANOVA diketahui bahwa uji interaksi dua arah nilai $F_{hitung} (16,99) > F_{Tabel} (6,94)$ pada taraf nyata 0,05, berarti H_0 ditolak dan H_1 diterima, artinya terdapat pengaruh pH

terhadap rendemen silika xerogel. Hasil perhitungan BNT (Beda Nyata Terkecil) diperoleh keadaan optimum adalah pH 6 dan pada waktu *aging* 12 jam. Kemungkinan pada pH 6 konsentrasi Si-O⁻ lebih besar dibandingkan pada pH 7 sehingga terbentuknya ikatan silanol lebih besar. Menurut Buckley[3] pembentukan silanol pada pH asam lebih mudah dibandingkan pada pH netral dan basa. Namun, tabel ANOVA untuk luas permukaan silika xerogel diketahui bahwa uji interaksi dua arah nilai $F_{hitung} (4,55) < F_{Tabel} (6,94)$ pada taraf nyata 0,05, berarti H_1 ditolak dan H_0 diterima, artinya tidak terdapat pengaruh pH terhadap luas permukaan silika xerogel.



Gambar 2. Pengaruh pH terhadap (a) rendemen dan (b) luas permukaan silika xerogel

Pengaruh waktu *aging* terhadap sintesis silika xerogel

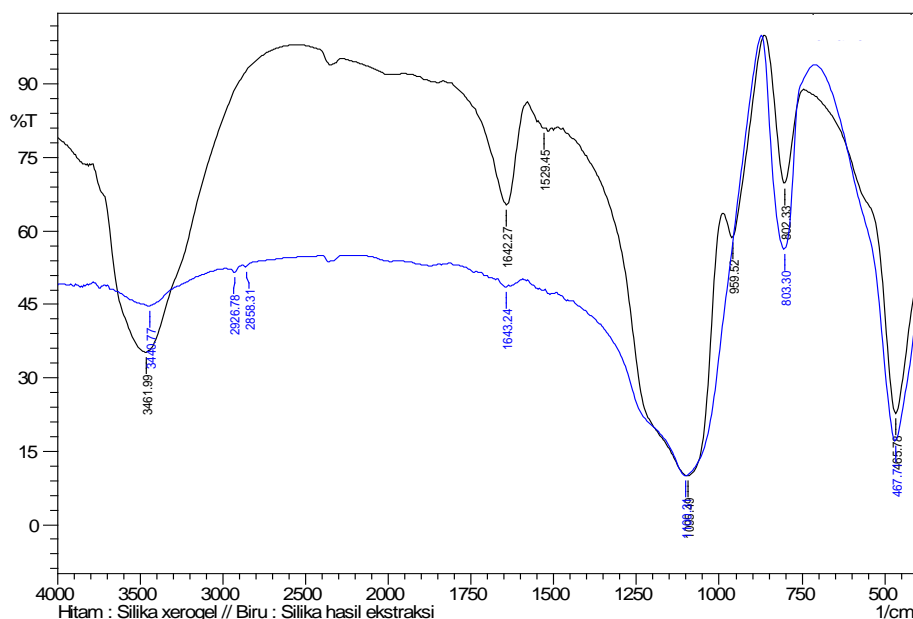


Gambar 3. Pengaruh waktu *aging* terhadap (a) rendemen dan (b) luas permukaan silika xerogel

Dari tabel ANOVA diketahui bahwa uji interaksi dua arah nilai $F_{hitung} (20) > F_{Tabel} (6,94)$ pada taraf nyata 0,05, berarti H_0 ditolak dan H_1 diterima, artinya terdapat pengaruh waktu *aging* terhadap luas permukaan silika xerogel. Hasil perhitungan BNT (Beda Nyata Terkecil) diperoleh keadaan optimum adalah pH 7 dengan waktu *aging* 12 jam. Berdasarkan Gambar 3 pada pH 7, seiring lamanya waktu *aging* luas permukaan semakin kecil. Menurut Buckley[3] semakin lama

waktuaging jaringan gel yang terbentuk semakin kuat, karena akan menyusut menyebabkan rongga silika xerogel semakin kecil. Namun, dari tabel ANOVA diketahui bahwa uji interaksi dua arah untuk rendemen nilai $F_{hitung}(1,18) < F_{Tabel}(6,94)$ pada taraf nyata 0,05, berarti H_1 ditolak dan H_0 diterima, artinya tidak terdapat pengaruh waktuaging terhadap rendemen silika xerogel.

Karakterisasi silika xerogel



Gambar 4. Spektra IR SHE dan silika xerogel

Difraktogram silika xerogel tersaji pada Gambar 1 yang menunjukkan struktur amorf dibuktikan dengan puncak yang melebar pada 2θ sekitar 22° ($2d = 3,94$), puncak tersebut sesuai dengan puncak hasil XRD silika gel pada penelitian Nuryono [1] yakni 2θ sekitar $21,02 - 22,24^\circ$ ($2d = 4,00$). Silika xerogel memiliki kandungan silika sebesar 98,06% yang ditentukan dengan menggunakan metode gravimetri dan luas permukaan sebesar $4,24 \text{ m}^2/\text{g}$ dengan menggunakan metilen biru. Pada spektra IR (Gambar 4) menunjukkan adanya gugus fungsi silanol dan siloksan pada bilangan gelombang 3461 cm^{-1} dan 1095 cm^{-1} . Adanya gugus siloksan diperkuat dengan adanya puncak pada daerah sidik jari pada bilangan gelombang 798 cm^{-1} dan 470 cm^{-1} yang menunjukkan ikatan Si-O. Interpretasi data IR sesuai dengan analisis fungsional oleh Salazar [7].

KESIMPULAN

1. pH berpengaruh terhadap rendemen silika xerogel tetapi tidak berpengaruh terhadap luas permukaan.

Waktu *aging* berpengaruh terhadap luas permukaan tetapi tidak berpengaruh terhadap densitas.

2. Hasil karakterisasi silika xerogel pada keadaan optimum (pH 6 dengan waktu *aging* 12 jam) menunjukkan bahwa luas permukaan sebesar $4,24 \text{ m}^2/\text{g}$ dengan kemurnian 98,06%. Spektra IR dan data XRD menunjukkan bahwa silika xerogel hasil sintesis mengandung gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) dan berstruktur amorf.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada laboratorium kimia anorganik yang telah membiayai sebagian biaya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Nuryono dan Narsito, 2005, Pengaruh Konsentrasi Asam Terhadap Karakter Silika Gel Hasil Sintesis dari Natrium Silikat, *Indo. J. Chem.*, 5(1), pp. 23 – 30.
2. Kalapathy, U., A. Proctor dan J. Shultz, 2000, A Simple Method For Production of Pure Silica From Rice Hull Ash, *Elsevier Science* 73, pp. 257-262.
3. Buckley, A.M., dan M.J. Greenblatt, 1994, Sol-Gel preparation of Silica Gels, *Journal Chemistry*, 71(7), pp. 599.
4. Affandi, S., H. Setyawan., S. Winardi, A. Purwanto., dan R. Balqis., 2009, A facile method for production of high-purity silica xerogels from bagasse ash, *Advanced Powder Technology*, 20, pp. 468-472.
5. Hindrayawati, N. dan Alimuddin, 2010, Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel Dari Abu Sekam Padi dengan menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH), *Jurnal Kimia Mulawarman*, 7(2), pp. 75-77.
6. Suka, I.G., W. Simanjutak, S. Sembiring, dan E. Trisnawati, 2008, Karakteristik Silika Sekam Padi Dari Provinsi Lampung yang Diperoleh dengan Metode Ekstraksi, *FMIPA Universitas Lampung*, No. 1, Vol. 37, pp. 47-52.
7. Salazar, A.C.D., 2011, Development of Silica Containing Materials for the Adsorption of Organic Compounds, Universitas Colombia, Manizales.